

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-143031

(43)Date of publication of application : 03.06.1997

(51)Int.Cl.

A61K 7/02

A61K 7/00

A61K 7/027

(21)Application number : 07-305728

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 24.11.1995

(72)Inventor : ABE AKIHITO  
YAMAKI KAZUHIRO  
SUZUKI YUJI

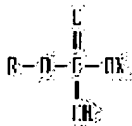
(54) COSMETIC

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a cosmetic having water repellency and oil repellency and excellent in durability and stability by compounding a monoalkyl phosphate, a hydrophobic powder and a acrylic polymer.

SOLUTION: This cosmetic composition contains 0.05-5wt.% monoalkyl phosphate expressed by the formula (R is a 8-36C alkyl; X is an alkali metal, a basic amino acid residue or an alkanolamine residue), 0.5-30wt.% hydrophobic powder and 0.1-20wt.% acrylic polymer as active components. Further, a water soluble high molecular compound (e.g. xanthan gum) and/or a fluoride-modified silicone is optionally compounded. It is preferable to use the powder whose surface is treated especially with a fluorine compound as the hydrophobic powder.

As the acrylic polymer a polymer (e g., Carbopol(R) 941) which forms gel by the neutralization with an alkaline agent is used. The composition can be formulated into a cosmetic such as a milky lotion, a cream, a liquid foundation or a tip stick.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 29.08.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other

than the examiner's decision of rejection or  
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3432980

[Date of registration] 23.05.2003

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against  
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

JP,09-143031,A

\* NOTICES \*

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

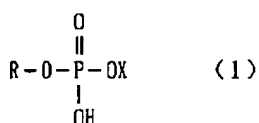
2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

[Claim(s)]

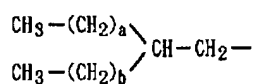
[Claim 1] the following component (A), (B), and (C): (A) -- the following general formula (1)

[Formula 1]



It is the charge of makeup characterized by containing the monoalkyl phosphate expressed with [R shows the alkyl group of carbon numbers 8-36 among a formula, and X shows alkali metal, basic-amino-acid residue, or alkanolamine residue], (B) hydrophobic fine particles, and (C) acrylic-acid system polymer.

[Claim 2] (A) A radical shown by R among a formula in monoalkyl phosphate expressed with a general formula (1) of a component is the following formula. [Formula 2]



It is the charge of makeup according to claim 1 which is beta-branching alkyl group expressed with [a shows the number of 2-18 among a formula, and b shows the number of 2-14].

[Claim 3] (B) A charge of makeup according to claim 1 or 2 whose hydrophobic fine particles of a component are fluorine compound processing fine particles.

[Claim 4] A charge of makeup of claim 1-3 which is a charge of oil-in-water type emulsification makeup given in any 1 term.

[Claim 5] Furthermore, a charge of makeup of claim 1-4 containing a water soluble polymer given in any 1 term.

[Claim 6] Furthermore, a charge of makeup of claim 1-5 containing fluorine

denaturation silicone given in any 1 term.

[A technical field to which invention belongs] This invention has outstanding hydrofuge and oil repellency, and relates to a charge of makeup excellent in durability and stability.

[Description of the Prior Art] Since the continuous phase consists of aqueous components, the charge of oil-in-water type emulsification makeup has the features, like a feeling of oiliness is excellent in a feeling of use few. However, as compared with the charge of water-in-oil type emulsification makeup, the conventional charge of oil-in-water type emulsification makeup was inferior to durability and water repellence, and had the defect that makeup was easy to come off.

[0003] In order to solve such a defect, hydrophobic fine particles were blended and the charge of makeup aiming at giving water repellence and a water resisting property was proposed (JP,4-124117,A etc.). However, in order to have blended hydrophobic fine particles with the charge of emulsification makeup so much, while increasing the amount of an emulsifier and the dispersant used, when the system had to be made to thicken and it did in this way, it was difficult [ it ] to obtain the charge of makeup with a good and stable feel.

[0004]

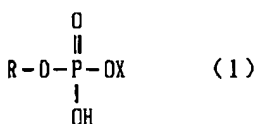
[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, the purpose of this invention does not have such a trouble and is to offer the charge of makeup which is excellent in hydrofuge and oil repellency, durability, and stability.

[Means for Solving the Problem] As a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly in view of this actual condition, when using together monoalkyl phosphate, specific hydrophobic fine particles, and specific acrylic acid system polymer, a header and this invention were completed for a charge of makeup which has outstanding hydrofuge and oil repellency, and was excellent in durability and stability being obtained.

[0006] namely, this invention -- the following component (A), (B), and (C): (A) -- the following general formula (1)

[0007]

[Formula 3]



[0008] The charge of makeup characterized by containing the monoalkyl phosphate

expressed with [R shows the alkyl group of carbon numbers 8-36 among a formula, and X shows alkali metal, basic-amino-acid residue, or alkanolamine residue], (B) hydrophobic fine particles, and (C) acrylic-acid system polymer is offered.

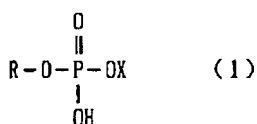
[0009]

[Means for Solving the Problem] As a result of this invention persons' inquiring wholeheartedly in view of this actual condition, when using together monoalkyl phosphate, specific hydrophobic fine particles, and specific acrylic-acid system polymer, a header and this invention were completed for a charge of makeup which has outstanding hydrofuge and oil repellency, and was excellent in durability and stability being obtained.

[0006] namely, this invention -- the following component (A), (B), and (C): (A) -- the following general formula (1)

[0007]

[Formula 3]

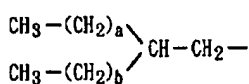


[0008] The charge of makeup characterized by containing the monoalkyl phosphate expressed with [R shows the alkyl group of carbon numbers 8-36 among a formula, and X shows alkali metal, basic-amino-acid residue, or alkanolamine residue], (B) hydrophobic fine particles, and (C) acrylic-acid system polymer is offered.

[0009]

[Embodiment of the Invention] The monoalkyl phosphate (1) of the (A) component used by this invention can be obtained by well-known methods (JP,61-17594,A etc.). Although R in a general formula (1) shows the alkyl group of carbon numbers 8-36 Specifically The octyl of a straight chain or branched chain, nonyl, DESHIRU, undecyl, Dodecyl, tridecyl, tetradecyl, pentadecyl, hexadecyl, Heptadecyl, octadecyl, nona DESHIRU, icosyl, HENIKOSHIRU, DOKOSHIRU, tricosyl, tetra-KOSHIRU, a pen octopus sill, hexa KOSHIRU, Heptacocyl, octacosyl, nona KOSHIRU, thoria KONCHIRU, HENTORIAKONCHIRU, DOTORIAKONCHIRU, TORITORIAKONCHIRU, tetra-thoria KONCHIRU, PENTATORIAKONCHIRU, and a hexa thoria KONCHIRU radical are mentioned. It is the following general formula among these. [0010]

[Formula 4]



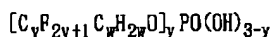
[0011] beta-branching alkyl group expressed with [a shows the number of 2-18 among a formula, and b shows the number of 2-14] is desirable, and the thing of 10-18 has especially desirable a+b in a formula.

[0012] On the other hand, among a general formula (1), as an alkali metal shown by X, a lithium, sodium, a potassium, etc. are mentioned and an arginine, an ornithine, a lysine, an oxy-lysine, etc. are mentioned as a basic amino acid. Moreover, as alkanolamine, what has the hydroxyalkyl radical of carbon numbers 2-3 is desirable, and triethanolamine, diethanolamine, monoethanolamine, etc. are mentioned. Basic amino acid, especially an arginine are mentioned as a thing desirable [ among these ].

[0013] (A) It is desirable to be able to use combining one sort or two sorts or more, and to blend 0.05 to 5% of the weight during [ all ] a presentation, and since the monoalkyl phosphate of a component is especially excellent in emulsion stability and a feeling of use when it is blended further 0.5 to 1% of the weight 0.1 to 2% of the weight, it is desirable.

[0014] The hydrophobing processing fine particles which carried out hydrophobing processing of one sort or two sorts or more of surfaces of fine particles chosen from other, for example, inorganic, fine particles and organic fine particles as hydrophobic fine particles of the (B) component used by this invention are also contained. [ fine particles / which are used for the usual charge of makeup / hydrophobic ] the silicone approach using the fats-and-oils approach which fats and oils are made to stick to the fine-particles surface for example, or uses functional groups, such as a hydroxyl group, as a surface treatment method, is made to cause esterification and etherification, and makes fine particles in lipophilic, the metal soap approach using zinc salt and magnesium salt of a fatty acid, dimethylpolysiloxane, or a methyl hydrogen polysiloxane, and the method of processing with the fluorine compound which has a perfluoroalkyl radical -- [ -- here -- a fluorine compound -- for example, the following general formula [0015]

[Formula 5]



[0016] The poly fluoro alkyl phosphoric acid shown by [the integer of 4-14 and w show the integer of 1-12, and y shows the integer of 1-3 in v among a formula] (refer to U.S. Pat. No. 3632744), Fluoro ARUKIRUJI (oxy-ethyl) amine phosphoric ester (refer to JP,62-250074,A), The resin which has a perfluoroalkyl radical (refer to JP,55-167209,A), Tetrafluoroethylene resin, perfluoro alcohol, a perfluoro epoxy compound, although sulfo

amide mold fluorophosphoric acid, a perfluoro sulfate, perfluoro carboxylate, a perfluoroalkyl silane (refer to JP,2-218603,A), etc. are applied, it is not restricted to these. ] \*\* is mentioned. Especially if it is insoluble material substantially to water and oils, such as a pigment and an ultraviolet ray absorbent, as mother fine particles processed, it will not be restricted, for example, organic fine particles, organic coloring matter, etc., such as inorganic pigments, such as titanium oxide, an iron oxide, ultramarine blue, a zinc white, a magnesium oxide, zirconium oxide, a mica, a sericite, talc, a silica, a kaolin, chromium hydroxide, and carbon black, nylon powder, polymethylmethacrylate, a styrene-divinylbenzene copolymer, and polyethylene powder, are mentioned.

[0017] It is desirable in the point of hydrofuge, oil repellency, and durability to use the fine particles which carried out surface treatment especially with the fluorine compound among the above-mentioned hydrophobic fine particles.

[0018] As for these hydrophobic fine particles, it is desirable to be able to use combining one sort or two sorts or more, and to blend one to 20% of the weight especially 0.5 to 30% of the weight during [ all ] a presentation.

[0019] Moreover, the acrylic-acid system polymer of the (C) component used by this invention forms gel by neutralizing by alkali chemicals. Therefore, acrylic-acid system polymer will not be limited especially if gel is formed by neutralizing by alkali chemicals, but what is generally called water-soluble alkali thickening mold polymer is used. Carbopol (Carbopol) 907, 910, and 934, 934-P which are marketed, for example from the B.F. GUTTO rich company (B. F. Goodrich Company) as such acrylic-acid system polymer, 940, 941, 954, 980, 981, 1342, 1382, 2984, 5984 grades, and PEMURAN (Pemulen) TR-1, TR-2 grade, High pan (Hypam) SA-100H marketed from RIPO (Lipo Chemicals Inc.), Bitter taste peck (AQUPEC) HV-501, HV-504, and the HV-505 grade which are marketed from SR-150H, SS-201, QT-100 grade, and Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd. are mentioned. As desirable acrylic-acid system polymer, Carbopol 941, 1342; PEMURAN TR-1, and TR-2 are mentioned among these especially.

[0020] Although what is necessary is to be able to use the acrylic-acid system polymer in the charge of makeup of this invention combining one sort or two sorts or more, and for the loadings to change with classes of polymer etc., and just to determine suitably, it is desirable to blend further 0.2 to 0.5% of the weight 0.2 to 1% of the weight especially 0.1 to 20% of the weight during [ all ] a presentation.

[0021] As alkali chemicals which neutralize and gel acrylic-acid system polymer, organic bases, such as inorganic bases, such as a sodium hydroxide, a potassium hydroxide, and ammonium hydroxide, and triethanolamine, and L-arginine, are mentioned, for

example.

[0022] Moreover, since a water soluble polymer can be blended with the charge of makeup of this invention as occasion demands and emulsion stability and a feel improve further, it is desirable. As a water soluble polymer used here, especially if used for the usual charge of makeup etc., it will not be restricted. For example, guar gum, KUINSU seed, a carrageenan, locust bean gum, Gum arabic, tragacanth, pectin, a mannan, starch, sodium alginate, Hyaluronate sodium, xanthan gum, a pullulan dextran, Curdlan, a collagen, a keratin, casein, albumin, gelatin, Chondroitin sulfate, a chitin, a cation-ized cellulose, hydroxyethyl cellulose, Hydroxypropylcellulose, the hydroxypropyl methylcellulose, Hydroxyethyl cellulose, hydroxypropyl trimethyl ammoniumchloride ether, A carboxymethyl cellulose, dextran sulfate, a carboxymethyl chitin, Soluble starch, carboxymethyl starch, propylene glycol alginate, polyvinyl alcohol, a polyvinyl pyrrolidone, sodium polyacrylate, polyvinyl methyl ether, a polyethylene glycol, etc. are mentioned. As a desirable water soluble polymer, xanthan gum, hyaluronate sodium, hydroxyethyl cellulose, etc. are mentioned above all especially.

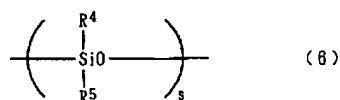
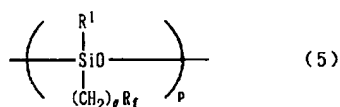
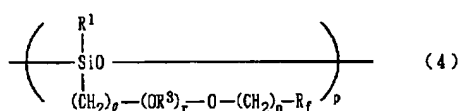
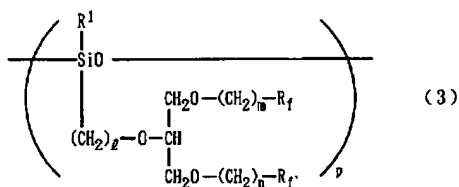
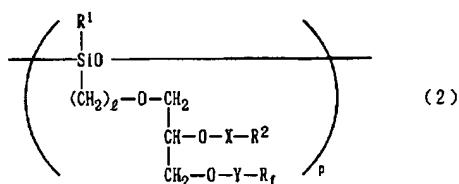
[0023] As for these water soluble polymers, it is desirable to be able to use combining one sort or two sorts or more, and to blend 0.01 to 5.0% of the weight during [ all ] a presentation, and 0.05 - 3.0 % of the weight and its further 0.05 - 0.3 % of the weight are especially desirable.

[0024] Moreover, since fluorine denaturation silicone can be blended with the charge of makeup of this invention as occasion demands and oil repellency and durability improve further, it is desirable. What has the structural unit expressed in the following general formula (6) or more [ of the structural unit expressed with following general formula (2) - (5), for example ] as one as fluorine denaturation silicone used here can be mentioned.

[0025]

[Formula 6]





[0026] Or you may differ. inside of [type, Rf, and Rf is the same -- the perfluoroalkyl radical of the straight chain of carbon numbers 1-20, or branched chain, or degree type: -- the omega-H-perfluoroalkyl radical expressed with H(CF2) t- (t shows the integer of 1-20) -- being shown --;R1 and R4 And R5 the same -- or -- differing -- \*\*\*\* -- alicyclic or the aromatic hydrocarbon radical of the aliphatic hydrocarbon radical of the straight chain of carbon numbers 1-20, or branched chain, or carbon numbers 5-10 -- being shown --;R2 The straight chain of a hydrogen atom and carbon numbers 1-20, or the aliphatic hydrocarbon radical of branched chain, the omega-H-perfluoroalkyl radical expressed with alicyclic [ of carbon numbers 5-10 ] or an aromatic hydrocarbon radical, the perfluoroalkyl radical of carbon numbers 1-20, or degree type:H(CF2) t- (t shows the integer of 1-20) -- being shown --;R3 The divalent hydrocarbon group of carbon numbers 2-6 is shown.:X and Y the divalent hydrocarbon group of single bond and ·CO· or carbon numbers 1-6 is shown,;l shows the number of 2-16, m and n show the number of 1-16, respectively, p shows the number of 1-200, r shows the number of 0-5, and s shows the number of 0-200 --]

[0027] General formula (2) It sets to the structural unit expressed with · (6), and is Rf. And as a perfluoroalkyl radical shown by Rf Anything of a straight chain and branched

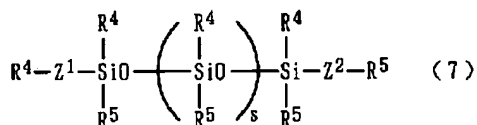
chain can be used. For example,  $\text{CF}_3\cdot$ ,  $\text{C}_2\text{F}_5\cdot$ ,  $\text{C}_4\text{F}_9\cdot$ ,  $\text{C}_6\text{F}_{13}\cdot$ ,  $\text{C}_8\text{F}_{17}\cdot$ ,  $\text{C}_{10}\text{F}_{21}\cdot$ ,  $\text{H}(\text{CF}_2)_2\cdot$ ,  $\text{H}(\text{CF}_2)_4\cdot$ ,  $\text{H}(\text{CF}_2)_6\cdot$ ,  $\text{H}(\text{CF}_2)_8\cdot$ ,  $\text{C}(\text{C}_3\text{F}_7)(\text{CF}_3)_2\cdot$ , etc. can be mentioned. Moreover, as t in  $\text{H}(\text{CF}_2)_t$ , the integer of 6-20 is desirable.

[0028] R1 and R4 And R5 As a hydrocarbon group shown For example, a methyl group, an ethyl group, a propyl group, butyl, a pentyl radical, a hexyl group, Straight chain alkyl groups, such as a heptyl radical, an octyl radical, a nonyl radical, and a decyl group; An isopropyl group, Annular alkyl groups, such as branched chain alkyl group; cyclopentyl groups, such as s-butyl, t-butyl, a neopentyl radical, 1-ethyl propyl group, and a 2-ethylhexyl radical, and a cyclohexyl radical; aromatic hydrocarbon radicals, such as a phenyl naphthyl group, etc. can be mentioned. Moreover, R3 As a divalent hydrocarbon group shown, the alkylene group of the straight chain of carbon numbers 2-4 or branched chain is desirable, and especially ethylene and a propylene radical are desirable.

[0029] As fluorine denaturation silicone which has such a structural unit, it is the following general formula, for example (7).;

[0030]

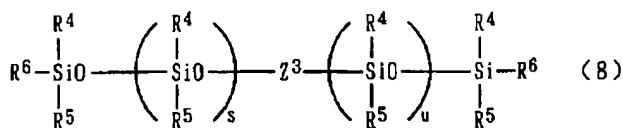
[Formula 7]



[0031] They are the thing expressed with [at least one side shows among a formula the structural unit chosen from a general formula (2), (3), (4), and (5) as for Z1 and Z2, the remainder shows single bond and s, R4, and R5 show the same semantics as the above], or the following general formula (8).;

[0032]

[Formula 8]



[0033] Z3 shows among [type the structural unit chosen from a general formula (2), (3), (4), and (5). R6 The aliphatic hydrocarbon radical of the straight chain of carbon numbers 1-20 or branched chain, alicyclic [ of carbon numbers 5-10 ], or the hydrocarbon group of aromatic series is shown, u shows the number of 0-200, and it is s and R4. And R5 What is expressed with] which shows the same semantics as the above

can be mentioned.

[0034] General formula (2) As a radical in each formula in the fluorine denaturation silicone expressed with the structural unit expressed with (6) and a general formula (7), and (8), when durability and usability are taken into consideration, the following are desirable. Rf And as Rf, the omega-H-perfluoroalkyl radical expressed with the perfluoroalkyl radical of the straight chain of carbon numbers 6-20 or branched chain or degree type;H(CF<sub>2</sub>) t- (t shows the integer of 6-20) is desirable. R1 and R4 And R5 \*\*\*\*\* -- the same -- or you may differ and the aliphatic hydrocarbon radical of the straight chain of carbon numbers 1-4 or branched chain is desirable. R2 If it carries out, the omega-H-perfluoroalkyl radical expressed with a hydrogen atom, the perfluoroalkyl radical of carbon numbers 6-20, or degree type;H(CF<sub>2</sub>) t- (t shows the integer of 6-20) is desirable. R3 If it carries out, the divalent hydrocarbon group of carbon numbers 2-4 is desirable. The divalent hydrocarbon group of single bond and -CO- or carbon numbers 1-4 of X and Y is desirable, and the number of l of 2-10, especially 2-5 is desirable. m and n respectively -- 2-10 -- especially -- the number of 1-6 -- desirable -- p -- 1-100 -- especially -- the number of 1-10 -- desirable -- r -- 0-20 -- especially -- the number of 0-5 -- desirable -- s -- 0-100 -- especially the number of 0-10 is desirable. In addition, alternation, a block, or random is sufficient as the array of the structural unit of fluorine denaturation silicone expressed with a general formula (7).

[0035] As a desirable example of fluorine denaturation silicone The fluorine denaturation silicone of the polymerization degree 2-200 indicated by JP,5-247214,A which has the structural unit expressed with a general formula (3) and a general formula (6), FS1265 grade by FSL-300 by Asahi Glass Co., Ltd. which are a commercial item, FSL-400, X-22-819 by Shin-Etsu Chemical Co., Ltd., X-22-820, X-22-821, X-22-822 and floor line-100, and Dow Corning Toray Silicone can be mentioned.

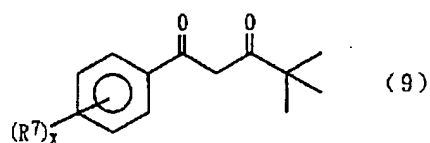
[0036] It is desirable to be able to use combining one sort or two sorts or more, and to blend 0.01 to 99% of the weight during [ all ] a presentation, and when fluorine denaturation silicone is blended especially further 0.1 to 70% of the weight 0.01 to 80% of the weight, it is more excellent in durability, that of a feeling of use is good, and desirable.

[0037] The other components used for the further usual charge of makeup can be suitably blended with the charge of makeup of this invention in the range which does not spoil the effect of this invention. As other components, hydrocarbon oils, such as oily basis {squalane, a liquid paraffin, and vaseline, Lows, such as spermaceti wax and a carnauba wax, jojoba oil, myristic-acid octyldodecyl, Ester oil, such as JIOKUTAN acid neopentyl glycol, olive oil, natural animal-and-vegetable-oils fat, such as a

macadamia-nuts oil, and a jig resaler -- the id and silicon oil -- Fluorine oil [FOMBLIN HC-04, FOMBLIN HC-25, FOMBLIN HC-R (MONTE froth company), }; moisturizers (a sorbitol --), such as], such as Demnum S-20, Demnum S-65, and Demnum S-200 (Daikin Industries, LTD.) Xylitol, a glycerol, a maltitol, propylene glycol, 1, 3-butylene glycol, 1, 4-butylene glycol, pyrrolidone carboxylic-acid sodium, A lactic acid, sodium lactate, polyoxypropylene fatty acid ester, a polyethylene glycol, etc.; Ultraviolet ray absorbent {p-aminobenzoic-acid ethyl, PARAJI methylamino benzoic-acid octyl [Escarol (ESCALOL) 507 (VANDYK)], Cinoxate, PARAMETOKISHI cinnamic acid octyl [Escarol 557 and Parsol (Parsol) MCX (GIVAUDAN)], 2-(2-hydroxy-5-methylphenyl) benzotriazol, Oxybenzone [Escarol 567 and spectra SORUBU (Spectra-Solb) UV 9 (American Cyanamid)], urocanic acid, urocanic acid ethyl, a benzophenone, and a tetra-hydroxy benzophenone -- [ -- for example The next general formula given in Uvinul D50(BASF A.G.)], 4-t-butyl-4'-methoxy benzoyl methane [Parsol 1789], JP,2-212579,A, and JP,3-188041,A (9)

[0038]

[Formula 9]



[0039] R7 shows a hydroxyl group, the alkoxy group of carbon numbers 1-8, the alkenyloxy radical of carbon numbers 1-8, or (polyoxyalkylene) an oxy-radical among [type. or]; alcohols, such as a benzoyl pinacolone derivative which may form alpha-methylene dioxy radical by two R and by which x is expressed with] which shows the integer of 1-3, -- Anti-oxidants, such as a chelating agent, pH regulator (buffers, such as lactic-acid-sodium lactate and a citric-acid-sodium citrate), antiseptics (a urea, the methylparaben, ethylparaben, and propylparaben --) thickeners (a sodium chloride --), such as butylparaben and sodium benzoate Drug effect components, such as whitening agents (arbutin, kojic acid, an ascorbic acid, its derivative, etc.) besides coloring matter, such as electrolytes, such as potassium chloride, a circulation accelerator, a cold sense agent, an antiperspirant, a germicide, a skin activator, and perfume, the lipids between cells (quality of the ceramide and ceramide similar structure etc.), etc. are mentioned.

[0040] Moreover, as quality of the ceramide similar structure here, the amide derivative of a publication etc. is mentioned to JP,62-228048,A.

[0041] The charge of makeup of this invention can be manufactured according to a

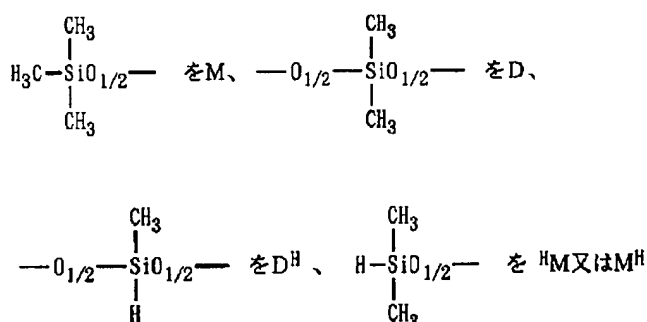
conventional method, can be made into various pharmaceutical forms of charges of makeup, such as a milky lotion, a cream, ointment, foundation, a lip stick, and eye shadow, and is especially suitable as a charge of oil-in-water type emulsification makeup.

[Effect of the Invention] The charge of makeup of this invention is excellent in durability and stability while having outstanding hydrofuge and oil repellency.

[Example] Hereafter, this invention is not limited by these although an example explains this invention in more detail. In addition, while the manufacturing method of fluorine denaturation silicone is shown collectively, a part of chemical formula is outlined as follows.

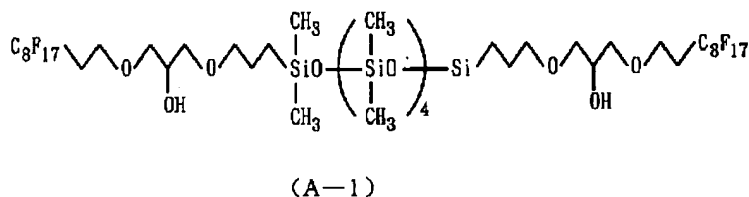
[0044]

[Formula 10]



[0045] The example 1 of manufacture [0046]

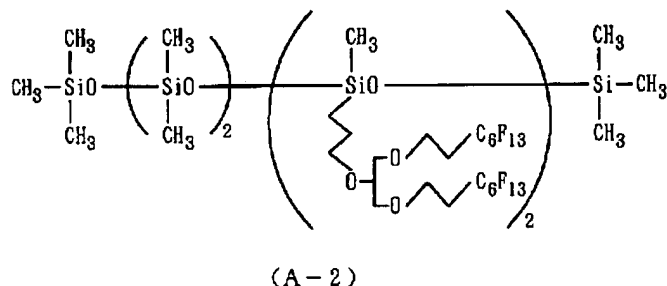
[Formula 11]



[0047] A cooling pipe and a magnetic stirring child 40micro (1.2x10<sup>-3</sup>mmol) of 2% isopropyl alcohol solutions 1 of methyl hydrogen polysiloxane (HMD4MH) 11.0g (25.5mmol), C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH(OH) CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub> CH=CH<sub>2</sub> 35.4g (61.3mmol), and chloroplatinic acid was added to the 100ml 2 opening flask which it had under nitrogen-gas-atmosphere mind, and it stirred at 60 degrees C for 6 hours. Fluorine denaturation silicone (A-1) 38.0g expressed with the above-mentioned formula which cools a reaction mixture to a room temperature, carries out reduced pressure distilling off of the unreacted compound, and is made into the purpose was obtained as transparent and colorless oily matter (94% of yield).

[0048] The example 2 of manufacture [0049]

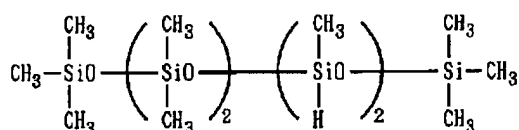
[Formula 12]



[0050] To the equipment used in the example 1 of manufacture, it is a degree type.;

[0051]

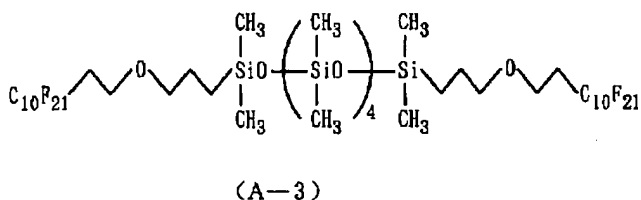
[Formula 13]



[0052] It is 6.0g (14.0mmol) about the methyl hydrogen polysiloxane (Toshiba Silicone make) come out of and expressed, (C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>) 110.5micro (4.0x10<sup>-3</sup>mmol) of 2 CH-O-CH<sub>2</sub> CH=CH<sub>2</sub> 2% isopropyl alcohol solutions l of 27.6 g (33.5mmol) and chloroplatinic acid was added, and fluorine denaturation silicone (A-2) 23.2g expressed with the above-mentioned formula made into the purpose by the same method as the example 1 of manufacture was obtained as transparent and colorless oily matter (80% of yield).

[0053] The example 3 of manufacture [0054]

[Formula 14]

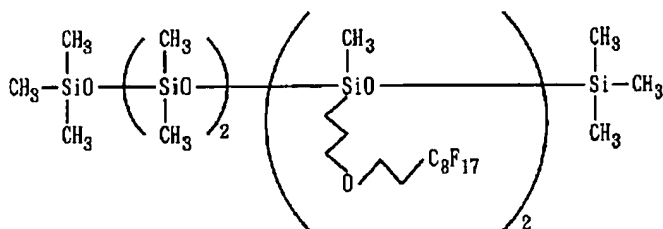


[0055] 101micro (3.1x10<sup>-3</sup>mmol) of 2% isopropyl alcohol solutions l of xylene 12ml, methyl hydrogen polysiloxane (HMD4MH) 12.0g (27.8mmol), C<sub>10</sub>F<sub>21</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub> CH=CH<sub>2</sub> 40.4g (66.8mmol), and chloroplatinic acid is added to the equipment used in the example 1 of manufacture under nitrogen-gas-atmosphere mind, and it is the same method as the example 1 of manufacture. Fluorine denaturation silicone (A-3) 41.0g expressed with the above-mentioned target formula was obtained as a transparent and

colorless wax-like object (90% of yield). The melting point of this thing was 37.0 degrees C.

[0056] The example 4 of manufacture [0057]

[Formula 15]

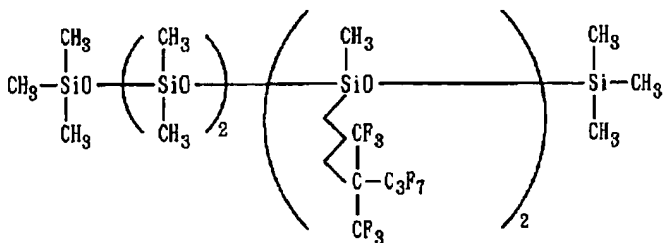


(A - 4)

[0058] 19.0g (44.1mmol) and  $\text{C}_8\text{F}_{17}\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{CH=CH}_2$  53.3g (105.8mmol) were taught to the equipment used in the example 1 of manufacture for the methyl hydrogen polysiloxane (MD2DH2M) (Toshiba Silicone make). Next, after carrying out the temperature up of the temperature in a flask to 80 degrees C, 174.5micro of 2% isopropyl alcohol solutions 1 of chloroplatinic acid was added, and it stirred for 5 hours. After cooling a reaction mixture to a room temperature, hexane 50ml and 2.2g of activated carbon were added, and it stirred at the room temperature for 1 hour. Then, activated carbon was carried out the \*\* exception and the solvent was distilled off. Fluorine denaturation silicone (A-4) 49.4g expressed with the above-mentioned formula which carries out reduced pressure distilling off of the unreacted compound, and is made into the purpose was obtained as transparent and colorless oily matter (78% of yield).

[0059] The example 5 of manufacture [0060]

[Formula 16]



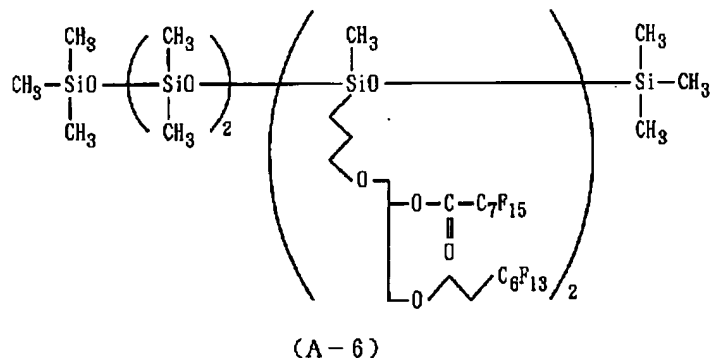
(A - 5)

[0061] 25.0g (58.0mmol) and  $\text{CH}_2=\text{CH-CH}_2\text{-C(CF}_3)_2\text{C}_3\text{F}_7$  50.1g (139.2mmol) were taught to the equipment used in the example 1 of manufacture for the methyl hydrogen polysiloxane (MD2DH2M) (Toshiba Silicone make). Next, after carrying out the temperature up of the temperature in a flask to 80 degrees C, 230.0micro

( $7.0 \times 10^{-3}$  mmol) of 2% isopropyl alcohol solutions of chloroplatinic acid was added, and it stirred for 5 hours. Hereafter, fluorine denaturation silicone (A-5) 58.3g expressed with the above-mentioned formula made into the purpose was obtained as transparent and colorless oily matter like the example 4 of manufacture (87% of yield).

[0062] The example 6 of manufacture [0063]

[Formula 17]



[0064] To the equipment used in the example 1 of manufacture, toluene 20ml, methyl hydrogen polysiloxane (MD2DH2M) 6.4g (14.9mmol), C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH(OCOC<sub>7</sub>F<sub>15</sub>)-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub> CH=CH<sub>2</sub> 31.2g (35.6mmol), 58.9micro (0.89x10<sup>-3</sup>mmol) of 2% isopropyl alcohol solutions of chloroplatinic acid is added, and it is the same method as the example 1 of manufacture. Fluorine denaturation silicone (A-6) 25.2g expressed with the above-mentioned target formula was obtained as transparent and colorless oily matter (78% of yield).

[0065] The charge of makeup of the presentation shown in example 1 table 5 was manufactured with the conventional method. About the obtained charge of makeup, hydrofuge and oil repellency, durability, and stability were evaluated by the following evaluation method. A result is shown in a table 5.

[0066] (The evaluation method)

(1) Water repellence : the obtained charge of makeup was applied to the pig skin 2microl / cm<sup>2</sup>, water was dropped there, and the angle (contact angle) which waterdrop makes was evaluated in accordance with the following criteria.

[0067]

[A table 1]

O : a contact angle (theta) with water is 80 degrees or more.

○ : a contact angle (theta) with water is 60 degrees - less than 80 degrees.

\*\* : A contact angle (theta) with water is 40 degrees - less than 60 degrees.

x : A contact angle (theta) with water is less than 40 degrees.



[0068] (2) Oil repellency : the obtained charge of makeup was applied to the pig skin 2microl / cm<sup>2</sup>, squalane was dropped there, and the angle (contact angle) which a squalane drop makes was evaluated in accordance with the following criteria.

[0069]

[A table 2]

O : a contact angle (theta) with squalane is 60 degrees or more.

O : a contact angle (theta) with squalane is 40 degrees · less than 60 degrees.

\*\* : A contact angle (theta) with squalane is 20 degrees · less than 40 degrees.

x : A contact angle (theta) with squalane is less than 20 degrees.

[0070] (3) Durability : the obtained charge of makeup was applied to the Homo sapiens frame 2microl / cm<sup>2</sup>, the quantum of the 2-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate which remains 7 hours after was carried out, and the survival rate was evaluated in accordance with the following criteria.

[0071]

[A table 3]

O The survival rate of :2-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate is 80% or more.

O The survival rate of :2-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate is 70% · less than 80%.

\*\* : The survival rate of 2-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate is 60% · less than 70%.

x : The survival rate of 2-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate is less than 60%.

[0072] (4) Stability : after saving the obtained charge of makeup for one month at 50 degrees C, viewing estimated the condition in accordance with the following criteria.

[0073]

[A table 4]

O : change is not accepted in a condition.

O : change is accepted a little in a condition.

\*\* : A big change is accepted in a condition.

x : Separation is accepted.

[0074]

[A table 5]

成 分 (重量%)	本 発 明 品			比 較 品		
	1	2	3	1	2	3
2-ヘキシルデシルリン酸L-アルギニン塩	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	—
フッ素化合物処理酸化亜鉛*	10.0	10.0	10.0	—	10.0	10.0
アクリル酸系ポリマー (ペムラン TR-2)	0.2	0.2	0.2	—	—	0.2
アクリル酸系ポリマー (カーボポール 941)	0.2	0.2	0.2	—	—	0.2
キサンタンガム	0.1	0.1	—	—	—	—
製造例1のフッ素変性シリコン (A-1)	10.0	—	—	—	—	—
2-エチルヘキシル-p-メトキシシンナメート	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
4-メトキシ-4'-tert-ブチルジベンゾイルメタン	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
ジメチルポリシクロシロキサン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
スクワラン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
セタノール	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4
ステアリルアルコール	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
ブチルパラベン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
メチルパラベン	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
グリセリン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
L-アルギニン	0.4	0.4	0.4	—	—	0.4
香 料	微量	微量	微量	微量	微量	微量
精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
撥水性	◎	○	○	×	○	○
撥油性	◎	○	○	△	○	○
持続性	◎	○	○	×	○	○
安定性	◎	◎	○	△	×	×

\*:酸化亜鉛150gを丸底フラスコに入れ、60℃に加熱する。これに(C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>POH13gとイソプロピルエーテル1500gを溶解加熱(50℃)したものに加え、60℃で4時間混合する。その後56～60℃でイソプロピルエーテルを減圧留去し、乾燥して得たもの。

[0075] this invention article showed the good result in hydrofuge and oil repellency, durability, and stability compared with the comparison article so that clearly from a table 5.

[0076] Example 2 (milky lotion)

The milky lotion of the following presentation was prepared according to the conventional method.

[A table 6]

(Component) (% of the weight)

2-L-arginine hexyldecyl phosphate 0.2 fluorine compound processing titanium oxide \*1  
 10.0 acrylic acid system polymer (PEMURAN TR-2) 0.1 acrylic acid system polymer  
 (Carbopol 941) 0.1 hyaluronic acid The fluorine denaturation silicone of the example 2 of  
 0.1 manufactures (A-2) 10.0 dimethyl poly cyclosiloxane 20.02-ethylhexyl-p-octyl  
 methoxycinnamate 3.04-methoxy-4'-t-butyl dibenzoylmethane 3.0 butylparaben 0.1  
 methylparaben 0.1 ethanol 5.0 glycerols 2.01, 3-butylene glycol 2.0L-arginine 0.2  
 perfume Minute amount purified water balance \*1: It is fluorine compound processing  
 oxidation of an example 1 except changing a zinc oxide into titanium oxide. Make it be  
 the same as that of zinc. What was manufactured [0077] The obtained milky lotion  
 showed the good result in hydrofuge and oil repellency, durability, and stability.

[0078] Example 3 (cream)

The cream of the following presentation was prepared according to the conventional method.

[A table 7]

(Component) (% of the weight)

2-L-arginine hexyldecyl phosphate 0.2 fluorine-compound processing titanium oxide \*1  
10.0 acrylic-acid system polymer (PEMURAN TR-1) 0.2 acrylic-acid system polymer  
(Carbopol 1342) 0.2 xanthan gum 0.1 carboxymethyl celluloses The fluorine  
denaturation silicone of the example 3 of 0.1 manufactures (A-3) 10.0 dimethyl poly  
cyclosiloxane 20.02-ethylhexyl - p - Octyl methoxycinnamate 3.04-methoxy-4'-t-butyl  
dibenzoylmethane 3.0 butylparaben 0.1 methylparaben 0.1 ethanol 5.0 glycerols 5.01,  
3-butylene glycol 2.0L-arginine 0.4 perfume Minute amount purified water Balance \*1:  
The same thing as an example 2 [0079] The obtained cream showed the good result in  
hydrofuge and oil repellency, durability, and stability.

[0080] Example 4 (facial liquid foundation)

The facial liquid foundation of the following presentation was prepared according to the conventional method.

[A table 8]

(Component) (% of the weight)

A JISECHIRURIN acid L-arginine salt 0.2 fluorine-compound processing titanium  
oxide (the same thing as an example 2) 6.0 fluorine-compound processing sericite \*2 8.0  
fluorine-compound processing iron-oxide (red, yellow, black) \*3 1.0 acrylic-acid system  
polymer (PEMURAN TR-2) 0.1 acrylic-acid system polymer (Carbopol 941) 0.1 xanthan  
gum 0.1 hydroxyethyl cellulose The fluorine denaturation silicone of the example 4 of  
0.1 manufactures (A-4) 10.0 dimethyl poly cyclosiloxane 20.0 squalane  
5.02-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate 3.04-methoxy-4'-t-butyl dibenzoylmethane  
3.0 butylparaben 0.1 methylparaben 0.1 ethanol 5.0 RISERIN 2. 01, 3-butylene glycol  
2.0L-arginine 0.2 perfume Minute amount purified water Balance \*2: It is fluorine  
compound processing oxidation of an example 1 except changing a zinc oxide into a  
sericite. Make it be the same as that of zinc. What was manufactured \*3: It is fluorine  
combination of an example 1 except changing a zinc oxide into an iron oxide (red, yellow,  
black). What was manufactured like the object processing zinc oxide [0081] The  
obtained facial liquid foundation showed the good result in hydrofuge and oil repellency,  
durability, and stability.

[0082] Example 5 (charge of aerosol makeup)

The charge of aerosol makeup of the following presentation was prepared according to

the conventional method.

[A table 9]

(Component) (% of the weight)

A dilauryl phosphoric-acid L-arginine salt 0.1 fluorine-compound processing talc \*4 5.0 acrylic-acid system polymer (PEMURAN TR-2) 0.1 carboxymethyl celluloses The fluorine denaturation silicone of the example 5 of 0.1 manufactures (A-5) 5.02-ethylhexyl-p-octyl methoxycinnamate 3.04-methoxy-4'-t-butyl dibenzoylmethane 3.0 butylparaben 0.1 methylparaben 0.1 glycerols A 1.0L-arginine 0.1 perfume Minute amount LPG. wood ether mixed-gas (8/2) 7.0 purified water Balance \*4: It is the fluorine compound processing zinc oxide of an example 1 except changing a zinc oxide into talc. Make it the same. What was manufactured [0083] The obtained charge of aerosol makeup showed the good result in hydrofuge and oil repellency, durability, and stability. [0084] Example 6 (lip stick)

The lip stick of the following presentation was prepared according to the conventional method.

[A table 10]

(Component) (% of the weight)

A 2-OKUTA laurylphosphate L-arginine salt 0.1 fluorine-compound processing red 201 No. \*5 2.0 fluorine-compound processing red 202 No. \*6 4.0 fluorine-compound processing yellow 4 No. aluminum lake \*7 2.0 fluorine-compound processing titanium oxide \*1 2.0 acrylic-acid system polymer (PEMURAN TR-1) 1.0 xanthan gum The fluorine denaturation silicone of the example 6 of 1.0 manufactures (A-6) 32.9 polyethylene wax 15.0 neopentylglycol dicaprate 10.0 squalane 15.0 hydrogenation lanolin 15.0 \*5: It is the fluorine compound processing acid of an example 1 except changing a zinc oxide into red No. 201. Make it be the same as that of-izing zinc. What was manufactured \*6: It is the fluorine compound processing acid of an example 1 except changing a zinc oxide into red No. 202. Thing \*7 manufactured like-izing zinc: It is the fluoride compound of an example 1 except changing a zinc oxide into a yellow No. 4 aluminum lake. What was manufactured like the processing zinc oxide \*1: The same thing as an example 2 [0085] The obtained lip stick showed the good result in hydrofuge and oil repellency, durability, and stability.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-143031

(43) 公開日 平成9年(1997)6月3日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	7/02		A 6 1 K	7/02 P
	7/00			7/00 E
				B
				J
				N

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 11 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平7-305728

(22) 出願日 平成7年(1995)11月24日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 阿部 昭仁

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社  
社研究所内

(72) 発明者 山本 和広

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社  
社研究所内

(72) 発明者 鈴木 裕二

東京都墨田区文花2-1-3 花王株式会社  
社研究所内

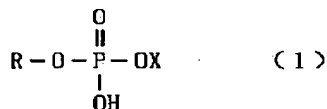
(74) 代理人 弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54) 【発明の名称】 化粧品

(57) 【要約】

【解決手段】 (A) 次の一般式 (1)

【化1】



〔式中、Rは炭素数8～36のアルキル基を示し、Xはアルカリ金属、塩基性アミノ酸残基又はアルカノールアミン残基を示す〕で表わされるモノアルキルリン酸塩、

(B) 疎水性粉体及び (C) アクリル酸系ポリマーを含む化粧品。

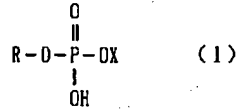
【効果】 撥水・撥油性、持続性及び安定性に優れる。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の成分 (A)、(B) 及び (C) :

(A) 次の一般式 (1)

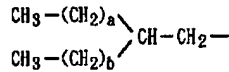
【化1】



〔式中、Rは炭素数8～36のアルキル基を示し、Xはアルカリ金属、塩基性アミノ酸残基又はアルカノールアミン残基を示す〕で表わされるモノアルキルリン酸塩、  
(B) 疎水性粉体、(C) アクリル酸系ポリマーを含有することを特徴とする化粧料。

【請求項2】 (A) 成分の一般式 (1) で表わされるモノアルキルリン酸塩において、式中、Rで示される基が次の式

【化2】



〔式中、aは2～18の数を示し、bは2～14の数を示す〕で表わされるβ-分岐アルキル基である請求項1記載の化粧料。

【請求項3】 (B) 成分の疎水性粉体が、フッ素化合物処理粉体である請求項1又は2記載の化粧料。

【請求項4】 水中油型乳化化粧料である請求項1～3のいずれか1項記載の化粧料。

【請求項5】 更に、水溶性高分子を含有する請求項1～4のいずれか1項記載の化粧料。

【請求項6】 更に、フッ素変性シリコンを含有する請求項1～5のいずれか1項記載の化粧料。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、優れた撥水・撥油性を有し、持続性及び安定性に優れた化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】水中油型乳化化粧料は、連続相が水性成分で構成されているため、油性感が少なく使用感に優れる等の特徴を有している。しかしながら、従来の水中油型乳化化粧料は、油中水型乳化化粧料と比較して、持続性、撥水性に劣り、化粧くずれし易いという欠点があった。

【0003】このような欠点を解決するため、疎水性粉体を配合し、撥水性及び耐水性を付与することを目的とした化粧料が提案された(特開平4-124117号公報等)。しかしながら、疎水性粉体を乳化化粧料に多量に配合するには、乳化剤及び分散剤の使用量を増加すると共に系を増粘させなければならず、このようにすると感触が良好で安定な化粧料を得ることは困難であった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って本発明の目的は、このような問題点がなく、撥水・撥油性、持続性及び安定性に優れた化粧料を提供することにある。

【0005】

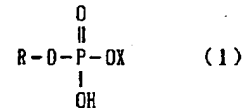
【課題を解決するための手段】斯かる実情に鑑み本発明者らは鋭意研究を行った結果、特定のモノアルキルリン酸塩、疎水性粉体及びアクリル酸系ポリマーを併用すれば、優れた撥水・撥油性を有し、かつ持続性及び安定性に優れた化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。

【0006】すなわち、本発明は、次の成分 (A)、(B) 及び (C) :

(A) 次の一般式 (1)

【0007】

【化3】



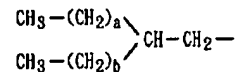
【0008】〔式中、Rは炭素数8～36のアルキル基を示し、Xはアルカリ金属、塩基性アミノ酸残基又はアルカノールアミン残基を示す〕で表わされるモノアルキルリン酸塩、(B) 疎水性粉体、(C) アクリル酸系ポリマーを含有することを特徴とする化粧料を提供するものである。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明で用いられる(A)成分のモノアルキルリン酸塩(1)は、公知の方法(特開昭61-17594号公報等)により得ることができる。一般式(1)中のRは炭素数8～36のアルキル基を示すが、具体的には、直鎖又は分岐鎖のオクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、ノナデシル、イコシル、ヘニコシル、ドコシル、トリコシル、テトラコシル、ペンタコシル、ヘキサコシル、ヘプタコシル、オクタコシル、ノナコシル、トリアコンチル、ヘントリアコンチル、ドトリアコンチル、トリトリアコンチル、テトラトリアコンチル、ペンタトリアコンチル、ヘキサトリアコンチル基が挙げられる。これらのうち、次の一般式

【0010】

【化4】



【0011】〔式中、aは2～18の数を示し、bは2～14の数を示す〕で表わされるβ-分岐アルキル基が好ましく、特に式中のa+bが10～18のものが好ましい。

【0012】一方、一般式(1)中、Xで示されるアル

カリ金属としては、リチウム、ナトリウム、カリウム等が挙げられ、塩基性アミノ酸としては、アルギニン、オルニチン、リジン、オキシリジン等が挙げられる。また、アルカノールアミンとしては、炭素数 2~3 のヒドロキシアルキル基を有するものが好ましく、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノエタノールアミン等が挙げられる。これらのうち好ましいものとしては塩基性アミノ酸、特にアルギニンが挙げられる。

【0013】(A) 成分のモノアルキルリン酸塩は、1 種又は 2 種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に 0.05~5 重量%配合するのが好ましく、特に 0.1~2 重量%、更に 0.5~1 重量%配合すると、乳化安定性及び使用感に優れるので好ましい。

【0014】本発明で用いられる (B) 成分の疎水性粉体としては、通常の化粧料に用いられる疎水性粉体の他、例えば無機粉体及び有機粉体から選ばれる粉体の 1 種又は 2 種以上の表面を疎水化処理した疎水化処理粉体も含まれる。表面処理法としては、例えば粉体表面に油脂を吸着させたり、水酸基等の官能基を利用し、エステル化やエーテル化を起こさせ粉体を親油的にする油脂処理法、脂肪酸の亜鉛塩やマグネシウム塩を用いた金属石ケン処理法、ジメチルポリシロキサン又はメチル水素ポリシロキサンを用いたシリコン処理法、パーフルオロアルキル基を有するフッ素化合物で処理する方法〔ここでフッ素化合物とは、例えば次の一般式

【0015】

【化 5】



【0016】〔式中、 $v$  は 4~14 の整数、 $w$  は 1~12 の整数、 $y$  は 1~3 の整数を示す〕で示されるポリフルオロアルキルリン酸 (米国特許第 3632744 号参照)、フルオロアルキルジ (オキシエチル) アミンリン酸エステル (特開昭 62-250074 号公報参照)、パーフルオロアルキル基を有する樹脂 (特開昭 55-167209 号公報参照)、四フッ化エチレン樹脂、パーフルオロアルコール、パーフルオロエポキシ化合物、スルホアミド型フルオロリン酸、パーフルオロ硫酸塩、パーフルオロカルボン酸塩、パーフルオロアルキルシラン (特開平 2-218603 号公報参照) 等が適用されるがこれらに限られるものではない。〕等が挙げられる。処理される母粉体としては、顔料、紫外線吸収剤等の水及び油に実質的に不溶な物質であれば特に制限されず、例えば酸化チタン、酸化鉄、群青、亜鉛華、酸化マグネシウム、酸化ジルコニウム、マイカ、セリサイト、タルク、シリカ、カオリン、水酸化クロム、カーボンブラック等の無機顔料、ナイロンパウダー、ポリメチルメタクリレート、スチレンージビニルベンゼン共重合体、ポリエチレン粉末等の有機粉体及び有機色素等が挙げられる。

【0017】上記の疎水性粉体のうち、特にフッ素化合

物で表面処理した粉体を用いることが、撥水・撥油性及び持続性の点において好ましい。

【0018】これらの疎水性粉体は、1 種又は 2 種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に 0.5~30 重量%、特に 1~20 重量%配合するのが好ましい。

【0019】また、本発明で用いられる (C) 成分のアクリル酸系ポリマーは、アルカリ剤で中和することによってゲルを形成するものである。従ってアクリル酸系ポリマーはアルカリ剤で中和することによってゲルを形成するものであれば特に限定されず、一般に水溶性アルカリ増粘型ポリマーと称せられるものが用いられる。このようなアクリル酸系ポリマーとしては、例えば B. F. グットリッチ社 (B. F. Goodrich Company) から市販されているカーボポール (Carbopol) 907、910、934、934-P、940、941、954、980、981、1342、1382、2984、5984 等やペムラン (Pemulen) TR-1、TR-2 等、リボ社 (Lip o Chemicals Inc.) から市販されているハイパン (Hypam) SA-100H、SR-150H、SS-201、QT-100 等、住友精化社から市販されているアクペック (AQUPEC) HV-501、HV-504、HV-505 等が挙げられる。これらのうち、特に好ましいアクリル酸系ポリマーとしては、カーボポール 941、1342；ペムラン TR-1、TR-2 が挙げられる。

【0020】本発明の化粧料におけるアクリル酸系ポリマーは 1 種又は 2 種以上を組合わせて用いることができその配合量は、ポリマーの種類等により異なり適宜決定すればよいが、全組成中に 0.1~20 重量%、特に 0.2~1 重量%、更に 0.2~0.5 重量%配合するのが好ましい。

【0021】アクリル酸系ポリマーを中和しゲル化するアルカリ剤としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化アンモニウム等の無機塩基及びトリエタノールアミン、L-アルギニン等の有機塩基が挙げられる。

【0022】また、本発明の化粧料には、必要により水溶性高分子を配合することができ、乳化安定性及び感触が更に向上するので好ましい。ここで用いられる水溶性高分子としては、通常の化粧料等に用いられるのであれば特に制限されず、例えばゲアーガム、クインスシード、カラギーナン、ローカストビーンガム、アラビアガム、トラガカント、ペクチン、マンナン、デンプン、アルギン酸ナトリウム、ヒアルロン酸ナトリウム、キサンタンガム、プルランデキストラン、カードラン、コラーゲン、ケラチン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン、コンドロイチン硫酸、キチン、カチオン化セルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムクロリドエーテル、カルボキシメチルセルロ

ース、デキストラン硫酸、カルボキシメチルキチン、可溶性デンプン、カルボキシメチルデンプン、アルギン酸プロピレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルメチルエーテル、ポリエチレングリコール等が挙げられる。就中特に好ましい水溶性高分子としては、キサンタンガム、ヒアルロン酸ナトリウム、ヒドロキシエチルセルロース等が挙げられる。

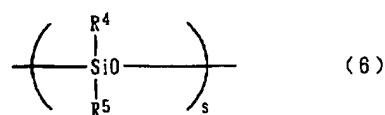
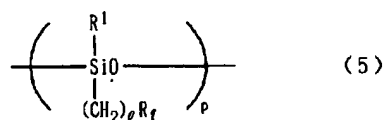
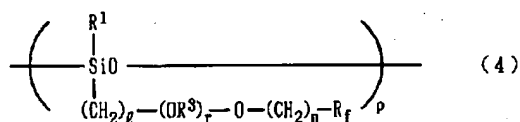
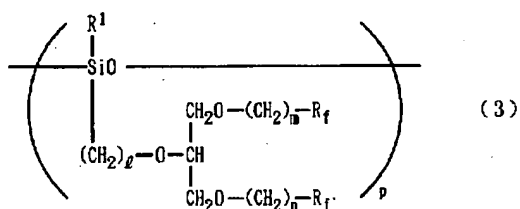
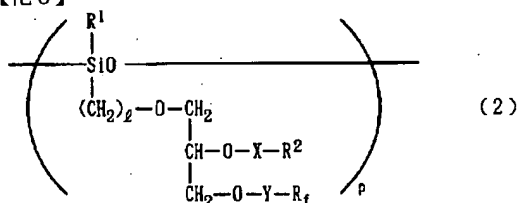
【0023】これらの水溶性高分子は1種又は2種以上を組合わせて用いることができ、全組成中に0.01～5.0重量%配合するのが好ましく、特に0.05～3.0重量%、更に0.05～0.3重量%が好ましい。

【0024】また、本発明の化粧料には、必要によりフッ素変性シリコーンを配合することができ、撥油性及び持続性が更に向上するので好ましい。ここで用いられるフッ素変性シリコーンとしては、例えば下記一般式

(2)～(5)で表わされる構造単位1以上と、下記一般式(6)で表わされる構造単位とを有するものを挙げることができる。

【0025】

【化6】



【0026】〔式中、 $R_f$  及び  $R_f$  は、同一又は異なってもよく、炭素数1～20の直鎖若しくは分岐鎖のパーフルオロアルキル基又は次式： $H(CF_2)_t-$  ( $t$  は1～20の整数を示す)で表わされる $\omega$ -H-パーフルオロアルキル基を示し； $R^1$ 、 $R^4$  及び  $R^5$  は、同一又は異なってもよく、炭素数1～20の直鎖若しくは分岐鎖の脂肪族炭化水素基又は炭素数5～10の脂環式若しくは芳香族炭化水素基を示し； $R^2$  は、水素原子、炭素数1～20の直鎖若しくは分岐鎖の脂肪族炭化水素基、炭素数5～10の脂環式若しくは芳香族炭化水素基、炭素数1～20のパーフルオロアルキル基又は次式： $H(CF_2)_t-$  ( $t$  は1～20の整数を示す)で表わされる $\omega$ -H-パーフルオロアルキル基を示し； $R^3$  は、炭素数2～6の2価の炭化水素基を示し； $X$  及び  $Y$  は、単結合、 $-CO-$ 又は炭素数1～6の2価の炭化水素基を示し； $l$  は2～16の数を示し、 $m$  及び  $n$  はそれぞれ1～16の数を示し、 $p$  は1～200の数を示し、 $r$  は0～5の数を示し、 $s$  は0～200の数を示す〕

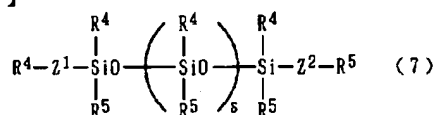
【0027】一般式(2)～(6)で表わされる構造単位において、 $R_f$  及び  $R_f$  で示されるパーフルオロアルキル基としては、直鎖及び分岐鎖のいずれのものも用いることができ、例えば、 $CF_3-$ 、 $C_2F_5-$ 、 $C_4F_9-$ 、 $C_6F_{13}-$ 、 $C_8F_{17}-$ 、 $C_{10}F_{21}-$ 、 $H(CF_2)_2-$ 、 $H(CF_2)_4-$ 、 $H(CF_2)_6-$ 、 $H(CF_2)_8-$ 、 $(C_3F_7)C(CF_3)_2-$ 等を挙げることができる。また、 $H(CF_2)_t-$ における $t$ としては、6～20の整数が好ましい。

【0028】 $R^1$ 、 $R^4$  及び  $R^5$  で示される炭化水素基としては、例えばメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基等の直鎖アルキル基；イソプロピル基、 $s$ -ブチル基、 $t$ -ブチル基、ネオペンチル基、1-エチルプロピル基、2-エチルヘキシル基等の分岐鎖アルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の環状アルキル基；フェニルナフチル基等の芳香族炭化水素基等を挙げることができる。また、 $R^3$  で示される2価の炭化水素基としては、炭素数2～4の直鎖又は分岐鎖のアルキレン基が好ましく、特にエチレン基、プロピレン基が好ましい。

【0029】このような構造単位を有するフッ素変性シリコーンとしては、例えば、下記一般式(7)；

【0030】

【化7】



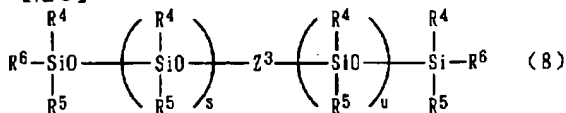
【0031】〔式中、 $Z^1$  及び  $Z^2$  は、少なくとも一方は一般式(2)、(3)、(4)及び(5)から選ばれた構造単位を示し、残余は単結合を示し、 $s$ 、 $R^4$  及び



R<sup>5</sup> は前記と同じ意味を示す] で表わされるもの、又は下記一般式(8)；

【0032】

【化8】



【0033】[式中、Z<sup>3</sup> は、一般式(2)、(3)、(4)及び(5)から選ばれる構造単位を示し、R<sup>6</sup> は炭素数1~20の直鎖若しくは分岐鎖の脂肪族炭化水素基又は炭素数5~10の脂環式若しくは芳香族の炭化水素基を示し、uは0~200の数を示し、s、R<sup>4</sup> 及びR<sup>5</sup> は前記と同じ意味を示す] で表わされるものを挙げることができる。

【0034】一般式(2)~(6)で表わされる構造単位及び一般式(7)、(8)で表わされるフッ素変性シリコンにおける各式中の基としては、持続性及び使用性を考慮した場合、下記のものが好ましい。R<sup>r</sup> 及びR<sup>r</sup> としては、炭素数6~20の直鎖若しくは分岐鎖のパールオロアルキル基又は次式；H(CF<sub>2</sub>)<sub>t</sub>- (tは6~20の整数を示す) で表わされるω-H-パールオロアルキル基が好ましい。R<sup>1</sup>、R<sup>4</sup> 及びR<sup>5</sup> としては、同一又は異なってもよく、炭素数1~4の直鎖又は分岐鎖の脂肪族炭化水素基が好ましい。R<sup>2</sup> としては、水素原子、炭素数6~20のパールオロアルキル基又は次式；H(CF<sub>2</sub>)<sub>t</sub>- (tは6~20の整数を示す) で表わされるω-H-パールオロアルキル基が好ましい。R<sup>3</sup> としては、炭素数2~4の2価の炭化水素基が好ましい。X及びYは、単結合、-CO-又は炭素数1~4の2価の炭化水素基が好ましく、lは2~10、特に2~5の数が好ましく、m及びnは、それぞれ2~10、特に1~6の数が好ましく、pは1~100、特に1~10の数が好ましく、rは0~20、特に0~5の数が好ましく、sは0~100、特に0~10の数が好ましい。なお、一般式(7)で表わされるフッ素変性シリコンの構造単位の配列は、交互でもブロックでもランダムでもよい。

【0035】フッ素変性シリコンの好ましい例としては、一般式(3)及び一般式(6)で表わされる構造単位を有する、特開平5-247214号公報に記載された重合度2~200のフッ素変性シリコン、市販品である旭硝子社製のFSL-300、FSL-400、信越化学工業社製のX-22-819、X-22-820、X-22-821、X-22-822及びFL-100、東レダウコーニングシリコン社製のFS1265等を挙げることができる。

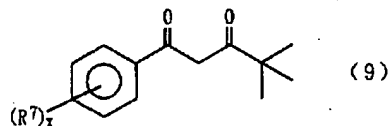
【0036】フッ素変性シリコンは、1種又は2種以上を組み合わせ用いることができ、全組成中に0.01~99重量%配合するのが好ましく、特に0.01~

80重量%、更に0.1~70重量%配合すると、より持続性に優れ、使用感も良好であり好ましい。

【0037】本発明の化粧料には、更に通常の化粧料に用いられるその他の成分を本発明の効果を損なわない範囲で適宜配合することができる。その他の成分としては、油性基剤(スクワラン、流動パラフィン、ワセリン等の炭化水素油、鯨ロウ、カルナウバロウ等のロウ類、ホホバ油、ミリスチン酸オクチルドデシル、ジオクタン酸ネオペンチルグリコール等のエステル油類、オリーブ油、マカデミアナッツ油等の天然動植物油脂、ジグリセライド、シリコン油、フッ素油[FOMBLIN HC-04、FOMBLIN HC-25、FOMBLIN HC-R(モンテフロス社)、デムナムS-20、デムナムS-65、デムナムS-200(ダイキン工業社)等]；保湿剤(ソルビトール、キシリトール、グリセリン、マルチトール、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコール、1,4-ブチレングリコール、ピロリドンカルボン酸ナトリウム、乳酸、乳酸ナトリウム、ポリオキシプロピレン脂肪酸エステル、ポリエチレングリコール等)；紫外線吸収剤(パラアミノ安息香酸エチル、パラジメチルアミノ安息香酸オクチル[エスカロール(ESCALOL)507(VANDY K社)]、シノキサート、パラメトキシ桂皮酸オクチル[エスカロール557、パーソール(Parsol)MCX(GIVAUDAN社)]、2-(2-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、オキシベンゾン[エスカロール567、スペクトラソルブ(Spectra-Solb)UV9(American Cyanamid社)]、ウロカニン酸、ウロカニン酸エチル、ベンゾフェノン、テトラヒドロキシベンゾフェノン[例えば、ユビナールD50(BASF社)]、4-tert-ブチル-4'-メトキシベンゾイルメタン[パーソール1789]、特開平2-212579号公報、特開平3-188041号公報に記載の次の一般式(9)

【0038】

【化9】



【0039】[式中、R<sup>7</sup> は水酸基、炭素数1~8のアルコキシ基、炭素数1~8のアルケニルオキシ基若しくは(ポリオキシアルキレン)オキシ基を示し、又は2個のRでα-メチレンジオキシ基を形成してもよく、xは1~3の整数を示す] で表わされるベンゾイルピナコン誘導体等]；アルコール類、キレート剤等の抗酸化剤、pH調整剤(乳酸-乳酸ナトリウム、クエン酸-クエン酸ナトリウム等の緩衝剤)、防腐剤(尿素、メチルパラベン、エチルパラベン、プロピルパラベン、ブチルパラベン、安息香酸ナトリウム等)、増粘剤(塩化ナトリ

ウム、塩化カリウム等の電解質等)、色素、血行促進剤、冷感剤、制汗剤、殺菌剤、皮膚賦活剤、香料の他、美白剤(アルブチン、コウジ酸、アスコルビン酸及びその誘導体等)などの薬効成分、細胞間脂質(セラミド、セラミド類似構造物質等)などが挙げられる。

【0040】また、ここでいうセラミド類似構造物質としては、特開昭62-228048号公報に記載のアミド誘導体等が挙げられる。

【0041】本発明の化粧料は、常法に従って製造することができ、乳液、クリーム、軟膏、ファンデーション、口紅、アイシャドー等の化粧料の様々な剤型とすることができ、特に水中油型乳化化粧料として好適であ

る。

【0042】

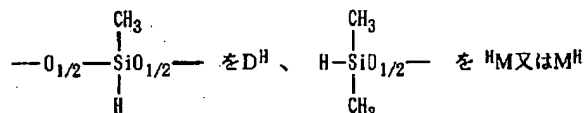
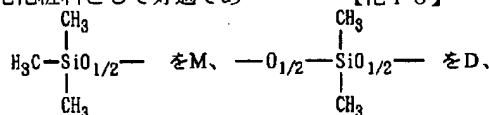
【発明の効果】本発明の化粧料は、優れた撥水・撥油性を有すると共に、持続性及び安定性に優れたものである。

【0043】

【実施例】以下、実施例により本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれらにより限定されるものではない。なお、併せてフッ素変性シリコンの製造法を示すとともに、化学式の一部を下記のとおり略記する。

【0044】

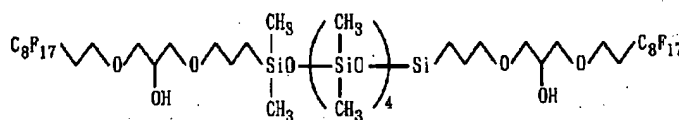
【化10】



【0045】製造例1

【0046】

【化11】



(A-1)

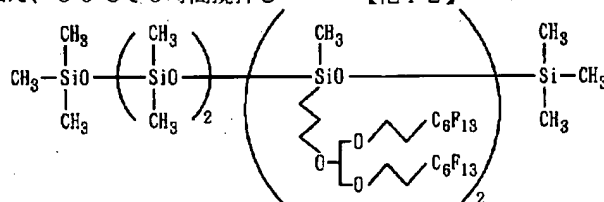
【0047】冷却管及び磁気攪拌子を備えた100mlの二つ口フラスコに、窒素雰囲気下、メチル水素ポリシロキサン(MD4M<sup>®</sup>) 11.0g(25.5mmol)、C<sub>8</sub>F<sub>17</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH(OH)CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub> 35.4g(61.3mmol)、塩化白金酸の2%イソプロピルアルコール溶液40μl(1.2×10<sup>-3</sup>mmol)を加え、60℃で6時間攪拌し

た。反応混合物を室温まで冷却し、未反応の化合物を減圧留去し、目的とする上記式で表わされるフッ素変性シリコン(A-1) 38.0gを無色透明の油状物として得た(収率94%)。

【0048】製造例2

【0049】

【化12】

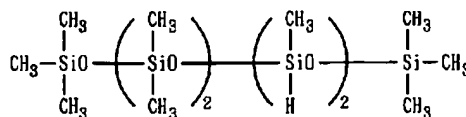


(A-2)

【0050】製造例1で用いた装置に、次式；

【0051】

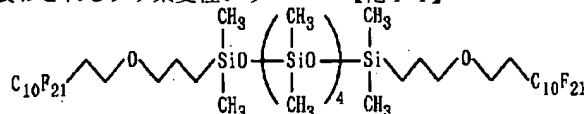
【化13】



【0052】で表わされるメチル水素ポリシロキサン(東芝シリコン社製)を6.0g(14.0mmol)、

( $\text{C}_6\text{F}_{13}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2$ )<sub>2</sub> $\text{CH}-\text{O}-\text{CH}_2$   
 $\text{CH}=\text{CH}_2$  27.6 g (33.5 mmol)、塩化白金酸  
 の2%イソプロピルアルコール溶液110.5  $\mu\text{l}$

( $4.0 \times 10^{-3}$  mmol)を加え、製造例1と同様の方法  
 により、目的とする上記式で表わされるフッ素変性シリ



(A-3)

コン (A-2) 23.2 g を無色透明の油状物として  
 得た (収率80%)。

【0053】製造例3

【0054】

【化14】

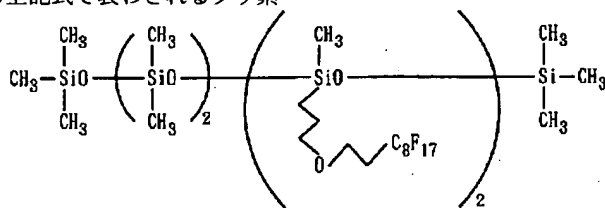
【0055】製造例1で用いた装置に、窒素雰囲気下、  
 キシレン12ml、メチル水素ポリシロキサン ( $\text{MD}_4$   
 $\text{M}^{\text{H}}$ ) 12.0 g (27.8 mmol)、 $\text{C}_{10}\text{F}_{21}-\text{CH}_2\text{C}$   
 $\text{H}_2-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$  40.4 g (66.8 mmol)  
 1)、塩化白金酸の2%イソプロピルアルコール溶液1  
 01  $\mu\text{l}$  ( $3.1 \times 10^{-3}$  mmol)を加え、製造例1と同  
 様の方法により、目的とする上記式で表わされるフッ素

変性シリコン (A-3) 41.0 g を無色透明のワッ  
 クス状物として得た (収率90%)。このものの融点は  
 37.0℃であった。

【0056】製造例4

【0057】

【化15】



(A-4)

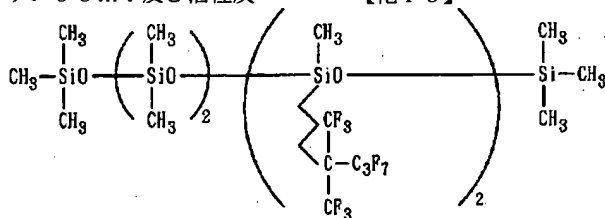
【0058】製造例1で用いた装置に、メチル水素ポリ  
 シロキサン ( $\text{MD}_2\text{D}^{\text{H}}_2\text{M}$ ) (東芝シリコン社製) を  
 19.0 g (44.1 mmol)、 $\text{C}_8\text{F}_{17}-\text{CH}_2\text{CH}_2-$   
 $\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$  53.3 g (105.8 mmol)  
 を仕込んだ。次に、フラスコ内の温度を80℃に昇温し  
 たのち、塩化白金酸の2%イソプロピルアルコール溶液  
 174.5  $\mu\text{l}$ を加え、5時間攪拌した。反応混合物を  
 室温まで冷却したのち、ヘキサン50ml及び活性炭

2.2 gを加え、室温で1時間攪拌した。その後、活性  
 炭を濾別し、溶媒を留去した。未反応の化合物を減圧留  
 去し、目的とする上記式で表わされるフッ素変性シリ  
 コン (A-4) 49.4 g を無色透明の油状物として得  
 た (収率78%)。

【0059】製造例5

【0060】

【化16】



(A-5)

【0061】製造例1で用いた装置に、メチル水素ポリ  
 シロキサン ( $\text{MD}_2\text{D}^{\text{H}}_2\text{M}$ ) (東芝シリコン社製) を  
 25.0 g (58.0 mmol)、 $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{C}$   
 $(\text{CF}_3)_2\text{C}_3\text{F}_7$  50.1 g (139.2 mmol) を仕  
 込んだ。次に、フラスコ内の温度を80℃に昇温したの  
 ち、塩化白金酸の2%イソプロピルアルコール溶液23  
 0.0  $\mu\text{l}$  ( $7.0 \times 10^{-3}$  mmol)を加え、5時間攪拌

した。以下、製造例4と同様にして、目的とする上記式  
 で表わされるフッ素変性シリコン (A-5) 58.3  
 g を無色透明の油状物として得た (収率87%)。

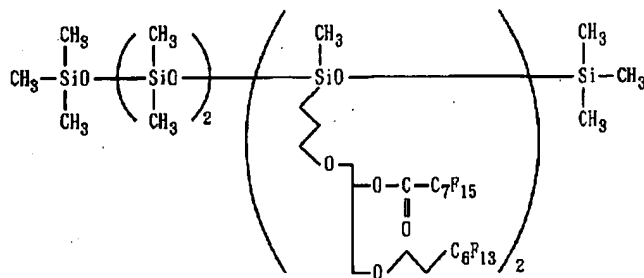
【0062】製造例6

【0063】

【化17】

13

14



(A-6)

10

【0064】製造例1で用いた装置に、トルエン20m  
1、メチル水素ポリシロキサン (MD<sub>2</sub>D<sup>®</sup><sub>2</sub>M) 6.4g  
(14.9mmol)、C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>C  
H (OCOC<sub>7</sub>F<sub>15</sub>)-CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH=CH<sub>2</sub>  
31.2g (35.6mmol)、塩化白金酸の2%イソプ  
ロピルアルコール溶液58.9μl (0.89×10<sup>-3</sup>  
mmol)を加え、製造例1と同様の方法により、目的と  
する上記式で表わされるフッ素変性シリコン (A-6)  
25.2gを無色透明の油状物として得た (収率78  
%)。

## 【0065】実施例1

表5に示す組成の化粧料を常法により製造した。得られ  
た化粧料について、撥水・撥油性、持続性及び安定性を  
下記の評価方法により評価した。結果を表5に示す。

## 【0066】(評価方法)

(1) 撥水性：得られた化粧料を豚皮に2μl/cm<sup>2</sup>塗  
布し、そこに水を滴下し、水滴のなす角度 (接触角) を  
以下の基準に従って評価した。

## 【0067】

## 【表1】

- ◎：水との接触角 (θ) が80°以上。
- ：水との接触角 (θ) が60°～80°未満。
- △：水との接触角 (θ) が40°～60°未満。
- ×：水との接触角 (θ) が40°未満。

【0068】(2) 撥油性：得られた化粧料を豚皮に2  
μl/cm<sup>2</sup>塗布し、そこにスクワランを滴下し、スクワ  
ラン滴のなす角度 (接触角) を以下の基準に従って評価  
した。

## 【0069】

## 【表2】

- ◎：スクワランとの接触角 (θ) が60°以上。

○：スクワランとの接触角 (θ) が40°～60°未  
満。

△：スクワランとの接触角 (θ) が20°～40°未  
満。

×：スクワランとの接触角 (θ) が20°未満。

【0070】(3) 持続性：得られた化粧料をヒト額に  
2μl/cm<sup>2</sup>塗布し、7時間後に残存する2-エチルヘ  
キシル-p-メトキシシナメートを定量し、その残存  
率を以下の基準に従って評価した。

## 20 【0071】

## 【表3】

◎：2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメートの  
残存率が80%以上。

○：2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメートの  
残存率が70%～80%未満。

△：2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメートの  
残存率が60%～70%未満。

×：2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメートの  
残存率が60%未満。

30 【0072】(4) 安定性：得られた化粧料を50℃で  
1ヶ月保存した後、その状態を目視により、以下の基準  
に従って評価した。

## 【0073】

## 【表4】

◎：状態に変化は認められない。

○：状態にやや変化が認められる。

△：状態に大きな変化が認められる。

×：分離が認められる。

## 【0074】

## 40 【表5】

成 分 (重量%)	本 発 明 品			比 較 品		
	1	2	3	1	2	3
2-ヘキシルデシルリン酸L-アルギニン塩	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	—
フッ素化合物処理酸化亜鉛*	10.0	10.0	10.0	—	10.0	10.0
アクリル酸系ポリマー (ペムラン TR-2)	0.2	0.2	0.2	—	—	0.2
アクリル酸系ポリマー (カーボボール 941)	0.2	0.2	0.2	—	—	0.2
キサントゲン	0.1	0.1	—	—	—	—
製造例1のフッ素変性シリコン (A-1)	10.0	—	—	—	—	—
2-エチルヘキシルp-メトキシシナメート	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
ジメチルポリシクロシロキサン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
スクワラン	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0
セタノール	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4	2.4
ステアリルアルコール	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6	1.6
ブチルパラベン	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
メチルパラベン	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
グリセリン	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
L-アルギニン	0.4	0.4	0.4	—	—	0.4
香料	微量	微量	微量	微量	微量	微量
精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
撥水性	◎	○	○	×	○	○
撥油性	◎	○	○	△	○	○
持続性	◎	○	○	×	○	○
安定性	◎	◎	○	△	×	×

\*: 酸化亜鉛150gを丸底フラスコに入れ、60℃に加熱する。これに(C<sub>6</sub>F<sub>13</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>2</sub>POH 1.3gとイソプロピルエーテル1500gを溶解加熱(50℃)したものを加え、60℃で4時間混合する。その後56〜60℃でイソプロピルエーテルを減圧留去し、乾燥して得たもの。

【0075】表5から明らかなように、本発明品は比較品に比べ、撥水・撥油性、持続性及び安定性において良好な結果を示した。

【0076】実施例2 (乳液)

下記組成の乳液を常法に従って調製した。

【表6】

(成分)	(重量%)
2-ヘキシルデシルリン酸L-アルギニン塩	0.2
フッ素化合物処理酸化チタン <sup>1)</sup>	10.0
アクリル酸系ポリマー (ペムラン TR-2)	0.1
アクリル酸系ポリマー (カーボボール 941)	0.1
ヒアルロン酸	0.1
製造例2のフッ素変性シリコン (A-2)	10.0
ジメチルポリシクロシロキサン	20.0
2-エチルヘキシルp-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
エタノール	5.0
グリセリン	2.0
1,3-ブチレングリコール	2.0
L-アルギニン	0.2
香料	微量
精製水	バランス

\*1: 酸化亜鉛を酸化チタンに変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの。

【0077】得られた乳液は撥水・撥油性、持続性及び安定性において良好な結果を示した。

下記組成のクリームを常法に従って調製した。

【表7】

【0078】実施例3 (クリーム)

(成分)	(重量%)
2-ヘキシルデシルリン酸L-アルギニン塩	0.2
フッ素化合物処理酸化チタン <sup>1)</sup>	10.0

17	18
アクリル酸系ポリマー（ペムラン TR-1）	0.2
アクリル酸系ポリマー（カーボボール 1342）	0.2
キサンタンガム	0.1
カルボキシメチルセルロース	0.1
製造例3のフッ素変性シリコーン（A-3）	10.0
ジメチルポリシクロシロキサン	20.0
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
エタノール	5.0
グリセリン	5.0
1,3-ブチレングリコール	2.0
L-アルギニン	0.4
香料	微量
精製水	バランス

\*1：実施例2と同じもの

【0079】得られたクリームは撥水・撥油性、持続性及び安定性において良好な結果を示した。

下記組成のリキッドファンデーションを常法に従って調製した。

【0080】実施例4（リキッドファンデーション） 20 【表8】

（成分）	（重量%）
ジセチルリン酸L-アルギニン塩	0.2
フッ素化合物処理酸化チタン（実施例2と同じもの）	6.0
フッ素化合物処理セリサイト <sup>2</sup>	8.0
フッ素化合物処理酸化鉄（赤、黄、黒） <sup>3</sup>	1.0
アクリル酸系ポリマー（ペムラン TR-2）	0.1
アクリル酸系ポリマー（カーボボール 941）	0.1
キサンタンガム	0.1
ヒドロキシエチルセルロース	0.1
製造例4のフッ素変性シリコーン（A-4）	10.0
ジメチルポリシクロシロキサン	20.0
スクワラン	5.0
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
エタノール	5.0
リセリン	2.0
1,3-ブチレングリコール	2.0
L-アルギニン	0.2
香料	微量
精製水	バランス

\*2：酸化亜鉛をセリサイトに変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの

\*3：酸化亜鉛を酸化鉄（赤、黄、黒）に変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの

【0081】得られたリキッドファンデーションは撥水・撥油性、持続性及び安定性において良好な結果を示した。

【0082】実施例5（エアゾール化粧料）  
下記組成のエアゾール化粧料を常法に従って調製した。  
【表9】

（成分）	（重量%）
------	-------

ジラウリルリン酸L-アルギニン塩	0.1
フッ素化合物処理タルク <sup>*4</sup>	5.0
アクリル酸系ポリマー（ペムラン TR-2）	0.1
カルボキシメチルセルロース	0.1
製造例5のフッ素変性シリコーン（A-5）	5.0
2-エチルヘキシル-p-メトキシシナメート	3.0
4-メトキシ-4'-t-ブチルジベンゾイルメタン	3.0
ブチルパラベン	0.1
メチルパラベン	0.1
グリセリン	1.0
L-アルギニン	0.1
香料	微量
LPG、ジメチルエーテル混合ガス（8/2）	7.0
精製水	バランス

\*4：酸化亜鉛をタルクに変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの

【0083】得られたエアゾール化粧料は撥水・撥油性、持続性及び安定性において良好な結果を示した。 下記組成の口紅を常法に従って調製した。 【表10】

【0084】実施例6（口紅）

（成分）	（重量%）
2-オクタラウリルリン酸L-アルギニン塩	0.1
フッ素化合物処理赤色201号 <sup>*5</sup>	2.0
フッ素化合物処理赤色202号 <sup>*6</sup>	4.0
フッ素化合物処理黄色4号A1レーキ <sup>*7</sup>	2.0
フッ素化合物処理酸化チタン <sup>*1</sup>	2.0
アクリル酸系ポリマー（ペムラン TR-1）	1.0
キサントガム	1.0
製造例6のフッ素変性シリコーン（A-6）	32.9
ポリエチレンワックス	15.0
ジカプリン酸ネオペンチルグリコール	10.0
スクワラン	15.0
水添ラノリン	15.0

\*5：酸化亜鉛を赤色201号に変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの

\*6：酸化亜鉛を赤色202号に変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの

\*7：酸化亜鉛を黄色4号A1レーキに変更する以外は実施例1のフッ素化合物処理酸化亜鉛と同様にして製造したもの

\*1：実施例2と同じもの

【0085】得られた口紅は撥水・撥油性、持続性及び安定性において良好な結果を示した。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

A61K 7/027

識別記号

庁内整理番号

F I

A61K 7/027

技術表示箇所